

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPT)



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift
10 DE 40 14 363 A 1

51 Int. Cl.⁵:
G 21 K 5/04
C 08 F 2/48
G 02 B 1/06
G 02 B 6/00
// A 61 C 5/04, 13/14,
A 61 L 2/16, 2/10

21 Aktenzeichen: P 40 14 363.5
22 Anmeldetag: 4. 5. 90
43 Offenlegungstag: 7. 11. 91

DE 40 14 363 A 1

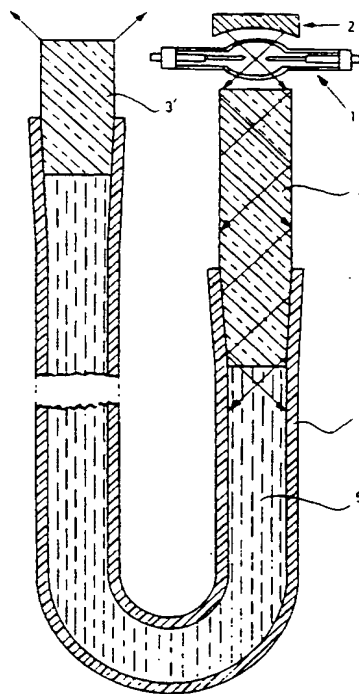
71 Anmelder:
Nath, Günther, Dr., 8000 München, DE

74 Vertreter:
von Bezold, D., Dr.rer.nat.; Schütz, P., Dipl.-Ing.;
Heusler, W., Dipl.-Ing., Pat.-Anwälte, 8000 München

72 Erfinder:
gleich Anmelder

54 UV-Polymerisationsgerät für industrielle Zwecke

57 UV-Polymerisationsgerät für industrielle Zwecke mit einer Strahlungsquelle, die optische Strahlung mit Wellenlängen im UV-B-Bereich emittiert und mit einem Lichtleiter, der einen durch transparente Fenster (3, 3') verschlossenen Kunststoffschlauch (4) aus FEP enthält und mit einer wäßrigen Lösung von K_2HPO_4 , K_3PO_4 oder NaH_2PO_4 gefüllt ist.



DE 40 14 363 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung geht aus von einem Polymerisationsgerät mit den im Oberbegriff des Anspruchs 1 aufgeführten Merkmalen, die aus AT-A-3 50 296 bekannt sind.

Die AT-A-3 50 296 und die entsprechende US-A-40 09 382 betreffen Beleuchtungseinrichtungen, die in erster Linie als Polymerisationsgeräte für die Aushärtung von strahlungspolymerisierbaren Dentalkunststoffmassen bestimmt sind. Hierfür wird in erster Linie Strahlung im langwelligen Teil des UV-A-Bereiches (ca. 330 bis 400 nm) und im kurzwelligen sichtbaren Spektralbereich benötigt.

Die bekannten Beleuchtungseinrichtungen der oben erwähnten Art enthalten in erster Linie Wolfram-Halogen-Glühlampen. In den oben angegebenen Patentschriften werden jedoch auch Metaldampf- und Xenon-Hochdrucklampen erwähnt. Hinsichtlich der Füllflüssigkeiten wird gefordert, daß sie das Material des Kunststoffschlauches nicht benetzen sollen, um das Entweichen von Füllflüssigkeit infolge von Diffusion durch den Kunststoffschlauch möglichst gering zu halten, wobei generell wäßrige Lösungen von Alkali- und Erdalkalihalogenen sowie anderen Salzen, wie Nitrate und Phosphate pauschal erwähnt werden, die der genannten Bedingung genügen.

An Polymerisationsgeräte für industrielle Zwecke werden andere und strengere Anforderungen gestellt. Beispielsweise wird zur Aushärtung von strahlungspolymerisierbaren, UVphotosensibilisierten Kunststoffen auf Acrylat-, Epoxyoder Silikon-Basis, wie sie insbesondere zum Schutz und zur Kapselung von Halbleitereinrichtungen verwendet werden, zusätzlich zur UV-A-Strahlung auch Strahlung mit Wellenlängen im UV-B-Bereich (ca. 280-330 nm) und kürzer benötigt, um den bei Verwendung nur längerwelliger Strahlung auftretenden, unerwünschten Oberflächenschmierfilm zu vermeiden. Um kurze Behandlungszeiten sowohl für die Polymerisation im Inneren der Kunststoffmasse als auch an deren Oberfläche zu erreichen, ist ferner eine hohe Transmission sowohl im UV-A-Bereich als auch im UV-B-Bereich erforderlich. In der Zahnheilkunde ist dagegen die UV-B-Strahlung wegen der Gefahr der Erythembildung und Konjunktivitis unerwünscht.

Es hat sich gezeigt, daß die bekannten, nicht benetzenden Lichtleiter-Füllflüssigkeiten für industrielle UV-Polymerisationsgeräte, die kurzwellige Strahlung bis herunter in den UV-B-Bereich und gegebenenfalls noch darunter liefern sollen, nicht geeignet sind. Überraschenderweise wurde jedoch gefunden, daß sich bei weitgehendem Verzicht auf die Forderung, daß die Füllflüssigkeit den Kunststoffschlauch möglichst wenig benetzen soll, Lösungen einiger weniger Vertreter der sehr zahlreichen Gruppe der Phosphate finden lassen, die sich als Füllflüssigkeit eignen, eine überraschend hohe Transmission bei Wellenlängen im UV-B-Bereich und darunter aufweisen und auch bei der Übertragung intensiver Strahlung mit hohem Anteil im kurzwelligen UV eine ausgezeichnete Langzeitstabilität aufweisen sowie außerdem die Herstellung einer wässrigen Lösung mit hinreichend hohem Brechungsindex erlauben. Diese Bedingungen lassen sich in ihrer Gesamtheit mit den bekannten Salzlösungen nicht erfüllen, welche Alkali- und Erdalkalihalogene oder -nitrate enthalten und auch nicht mit Lösungen der überwiegenden Anzahl der Vertreter der Phosphat-Gruppe.

Der vorliegenden Erfindung liegt also ausgehend von

dem obengenannten Stand der Technik die Aufgabe zugrunde, ein industrielles UV-Polymerisationsgerät anzugeben, welches mit hohem Wirkungsgrad und ausgezeichneter Langzeitstabilität Strahlung mit Wellenlängen unter 330 nm, also im UV-B-Bereich und gegebenenfalls darunter zu liefern vermag.

Diese Aufgabe wird durch ein UV-Polymerisationsgerät gemäß dem Oberbegriff des Anspruchs 1 mit den kennzeichnenden Merkmale des Patentanspruchs 1 gelöst.

Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß wäßrige Lösungen von K_2HPO_4 und gegebenenfalls noch NaH_2PO_4 sowie K_3PO_4 eine ausgezeichnete Transmission für Wellenlängen bis herunter in den UV-B-Bereich aufweisen und sich auch bei Einwirkung intensiver UV-B-Strahlung durch eine hervorragende Langzeitstabilität auszeichnen.

Vorzugsweise werden hochkonzentrierte Lösungen der angegebenen Substanzen verwendet. Bei Dikaliumhydrogenphosphat (K_2HPO_4) kann die Konzentration beispielsweise mindestens 8 Mol pro Liter betragen; bei Natriumdihydrogenphosphat, (NaH_2PO_4), das sich insbesondere für die Verwendung mit einem Laser als Strahlungsquelle eignet, etwa 7,5 Mol pro Liter und bei tertiärem Kaliumphosphat (K_3PO_4) mindestens etwa 2,3 Mol pro Liter.

Die oben angegebenen Substanzen, vor allem Dikaliumhydrogenphosphat, haben den zusätzlichen Vorteil, daß sie auch bei relativ tiefen Temperaturen, z. B. $-15^\circ C$, noch nicht auskristallisieren. Dies ist ein wesentlicher Vorteil, da ein Ausfallen von Salzen bei der Einwirkung tiefer Temperaturen, z. B. während des Transports, das Polymerisationsgerät unbrauchbar machen.

Durch die Verwendung von Lichtquellen, welche Strahlung mit Wellenlängen bis herunter in den UV-B-Bereich emittieren, z. B. Höchstdruck-Gasentladungslampen, wie Quecksilber-Höchstdrucklampen oder Lasern, wird eine hohe Ausgangsleistung im UV-B-Bereich gewährleistet.

Im folgenden wird ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel der Erfindung unter Bezugnahme auf die Zeichnung näher erläutert, deren einzige Figur eine schematische Schnittansicht eines Polymerisationsgerätes gemäß der Erfindung zeigt.

Das in der Zeichnung dargestellte UV-Polymerisationsgerät für industrielle Zwecke enthält eine Strahlungsquelle in Form einer Hg-Höchstdrucklampe 1 mit einem konkaven Rückspiegel 2 und einem Lichtleiter, der einen Kunststoffschlauch 4 aus FEP, also einem Copolymer aus Polytetrafluorethylen und Hexafluorpropylen, oder einem anderen flexiblen fluorhaltigen Kunststoff, wie z. B. TFB, besteht. Zwischen der Lampe 1 und dem Fenster 3 des Lichtleiters ist ein Quarzkondensor (nicht dargestellt) angeordnet. Der Kunststoffschlauch 4 ist mit einer transparenten Flüssigkeit 5 gefüllt und an beiden Enden durch zylinderförmige Quarzglasfenster 3 bzw. 3' verschlossen. Der Brechungsindex der Flüssigkeit 5 muß höher sein als der des Materials, aus dem der Kunststoffschlauch 4 besteht und soll bei Verwendung eines Kunststoffschlauches aus FEP etwa 1,43 oder mehr betragen. Bei Verwendung eines Lasers als UV-Strahlungsquelle kann der Brechungsindex niedriger sein und z. B. etwa 1,40 betragen.

Bei einem bevorzugten Ausführungsbeispiel der Erfindung besteht die Flüssigkeit 5 aus einer wäßrigen Lösung von sekundärem Kaliumorthophosphat oder Dikaliumhydrogenphosphat K_2HPO_4 mit einer Kon-

zentration von mindestens etwa 8 Mol pro Liter, also etwa 1400 g pro Liter. Die Flüssigkeit 5 kann einen geringen, die Transmission nicht wesentlich beeinflussenden Zusatz eines Fungizids enthalten und/oder nach dem Füllen und Verschließen des Lichtleiterschlauchs durch Bestrahlung mit Gammastrahlung u. dgl. sterilisiert werden.

Bei einer praktischen Ausführungsform der Erfindung bestand die Strahlungsquelle 1 aus einer 200 W-Quecksilber-Höchstdrucklampe des Typs HBO 200. Der Lichtleiter enthielt einen Schlauch aus FEP und hatte eine Länge von 1800 mm und einen Innendurchmesser von 5 mm. Die Füllflüssigkeit des Lichtleiters war eine Lösung von hochreinem K_2HPO_4 in hochreinem H_2O mit einer solchen Konzentration, daß sich der Brechungsindex $n_D = 1,43$ bei $20^\circ C$ ergab. Die Strahlung der Lampe wurde durch einen Quarzkondensor hoher Öffnung in den Lichtleiter fokussiert.

In der folgenden Tabelle sind der Anfangswert der Transmission und die Transmission nach 50 Stunden Bestrahlung für den Lichtleiter dieses Polymerisationsgerätes im Vergleich mit einem bekannten Lichtleiter gleicher Bauart, der jedoch als Füllflüssigkeit eine wässrige $CaCl_2$ -Lösung ($n_D = 1,43$) enthielt, aufgeführt.

Tabelle

Wellenlänge (nm)	Transmission K_2HPO_4/H_2O		Transmission $CaCl_2/H_2O$	
	Anf.-Wert	nach 50 h	Anf.-Wert	nach 50 h
362	66%	66%	66%	47%
330	59%	59%	58%	33%
310	39%	38%	38%	20%

Man sieht, daß bei dem Lichtleiter des erfindungsgemäßen Polymerisationsgerätes nicht nur die Stabilität der Transmission im UV-A- und UV-B-Bereich ganz erheblich besser ist als bei dem bekannten $CaCl_2/H_2O$ -Lichtleiter sondern auch daß die Anfangstransmission bei den kürzeren Wellenlängen etwas besser ist.

Patentansprüche

1. UV-Polymerisationsgerät für industrielle Zwecke mit einer Strahlungsquelle (1), die kurzwellige optische Strahlung liefert, und mit einer Lichtleiteranordnung, die einen Schlauch (4) aus Kunststoff enthält, der an seinen Enden durch transparente Fenster (3, 3') verschlossen und mit einer transparenten Flüssigkeit (5) gefüllt ist, deren Brechungsindex größer ist als der des Kunststoffes und die eine wässrige Lösung eines Phosphats enthält, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit (5) Dikaliumhydrogenphosphat (K_2HPO_4) und/oder Natriumdihydrogenphosphat (NaH_2PO_4) und/oder Trikaliumphosphat (K_3PO_4) enthält.
2. Polymerisationsgerät nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Kunststoffschlauch (4) aus FEP besteht.
3. Polymerisationsgerät nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit (5) Dikaliumhydrogenphosphat mit einer solchen Konzentration enthält, daß der Brechungsindex n_D mindestens etwa 1,42 beträgt.
4. Polymerisationsgerät nach Anspruch 1 oder 2,

dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit eine wässrige Dikaliumhydrogenphosphatlösung mit einer Konzentration von mindestens 8 Mol pro Liter ist.

5. Polymerisationsgerät nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit (5) eine wässrige Natriumdihydrogenphosphatlösung mit einer Konzentration von mindestens etwa 7 Mol pro Liter ist.

6. Polymerisationsgerät nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit eine wässrige Trikaliumphosphatlösung mit einer Konzentration von mindestens etwa 2,5 Mol pro Liter ist.

7. Polymerisationsgerät nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Flüssigkeit ein Fungizid enthält und/oder durch Bestrahlung sterilisiert ist.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

